

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-61393

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月5日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 2 3 C 14/34

C 2 3 C 14/34

A

14/06

14/06

B

Z

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号

特願平9-223200

(22) 出願日

平成9年(1997) 8月20日

(71) 出願人 000217228

田中貴金属工業株式会社

東京都中央区日本橋茅場町2丁目6番6号

(72) 発明者 宝沢 勝幸

神奈川県伊勢原市鈴川26番地 田中貴金属

工業株式会社伊勢原工場内

(72) 発明者 村岸 幸宏

神奈川県伊勢原市鈴川26番地 田中貴金属

工業株式会社伊勢原工場内

(54) 【発明の名称】 スパッタリング用Ruターゲットの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 大面積で、緻密度が高く、内部欠陥の無い良質のスパッタリング用Ruターゲットを得る。

【解決手段】 2回以上の溶解、凝固を繰り返してインゴットを作り、このインゴットの表面或いは裏面を研削して板材を作り、この板材を素材として溶接し、大型化した後、円板を切り出して、スパッタリング用Ruターゲットを得る。この製造方法において、第1回の溶解は、アーク溶解、第2回の溶解は、真空プラズマ溶解、溶接は電子ビーム溶接又はアーク溶接であることが好ましい。さらに第1回及び第2回以降の溶解は、真空プラズマ溶解、溶接は、電子ビーム溶接又はアーク溶接さらには真空プラズマ溶解であることが好ましい。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 2回以上溶解、凝固を繰り返してインゴットを作り、このインゴットの表面及び裏面を研削して板材を作り、この板材を複数枚接合して薄くて面積の大きい平板を製造することを特徴とするスパッタリング用Ruターゲットの製造方法。

【請求項2】 請求項1記載のスパッタリング用Ruターゲットの製造方法において、第1回の溶解がアーク溶解、第2回の溶解が真空プラズマ溶解、溶接が電子ビーム溶接又はアーク溶接であることを特徴とするスパッタリング用Ruターゲットの製造方法。

【請求項3】 請求項1又は2記載のスパッタリング用Ruターゲットの製造方法において、第1回及び第2回以降の溶解が真空プラズマ溶解、溶接が電子ビーム溶接又はアーク溶接であることを特徴とするスパッタリング用Ruターゲットの製造方法。

【請求項4】 請求項1、2又は3記載のスパッタリング用Ruターゲットの製造方法において第1回及び第2回以降の溶解を真空プラズマ溶解、さらに2枚以上のインゴットを並べてその間の溶接も真空プラズマ溶解法で溶接することを特徴とするスパッタリング用Ruターゲットの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体メモリー等のキャパスタ薄膜の電極等に使用されるRu薄膜を形成する為のスパッタリング用Ruターゲットの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】Ruの結晶構造は、六方最密格子で、常温では勿論のこと、1000℃以上の高温でも塑性加工が困難で、割れ易く、脆い金属である。また、加工硬化が激しく、その上極めて切削性が悪いという性質を持っている。

【0003】一方、スパッタリング用ターゲットは、通常、被加工物であるSiウエハーのサイズの大きさに比例して必要となる大きさが決められ、一般にはその比率は直径で約1.5倍が常識とされている。

【0004】Siウエハーのサイズは、近年では直径6インチか8インチが通常で、近い将来12インチサイズが必須とされている。この為、大面積で薄いインゴットを作ることが必要になるが、Ruの融点は2250℃と高く、CやSi、Al、その他の金属と反応し易く、Ruの溶湯を汚染させずに操業できるようなるつばは現在世の中に存在していないため、溶解鋳造法は採用することができない。

【0005】従って、水冷銅ハースを用いたアーク溶解や電子ビーム溶解法を採用することが考えられるが、これらの方法では表面に凹凸が生じるため、薄く大面積の板を鋳造することは困難である。

【0006】また、粉末を焼結して大面積の円板を作る

ことも試みられている。この場合、Ru粉末の焼結は1500～2000℃で圧縮することが望ましいが、この温度でRuと接触して物理的、化学的に安定な構造物は見当たらない為、十分に質の高いターゲットを焼結できる装置がなく、大面積の円板を焼結する際には高々1200～1300℃maxの温度で焼結するしかない為、緻密度が低く、良質のターゲットを作ることが困難であった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明は、例えば直径12インチとか、15インチ、18インチ等の大面積のターゲットで、緻密度が高く、内部欠陥の無い良質のスパッタリング用Ruターゲットを得ることのできる製造方法を提供しようとするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】Ruは稀少な金属で、その性質はあまり知られていないが、本発明者らは、多くのRu地金を溶解、鋳造する過程で、Ruは高温でCやSi、その他の金属元素を溶解し、それを冷却して凝固する時、そのCやSi、その他の不純物元素の一部を析出すること、また、O₂やH₂等のガスとも反応して、多量に吸収し、冷却時に内部に気泡を生じたり、結晶粒界に析出したりする性質があり、材料をさらに脆化させる要因となっていることを見出した。一方、Ruを真空中で溶解凝固を繰り返すことによって、Ru内部に析出したガス成分や活性金属の不純物を酸化物として浮上させ除去する方法を見出した。そして、その溶解方法について鋭意研究した結果、表面からゆっくり加熱でき、また、溶解面積を最も大きくすることができ、その上、るつばからRuを汚染させない溶解方法として、真空プラズマ溶解が最も適していることを見出した。さらに大面積ターゲットを形成する方法として、種々の溶接方法を検討した結果、溶接欠陥は材料に依存する傾向があり、従来、焼結方法で作ったインゴットを電子ビーム溶接すると、内部欠陥が生じることがわかった。特に、内部にガスや不純物を含有している材料同士を溶接した場合には、その溶接ビード中にもピンホール、割れ、介在物が生じることが避けられないことが判った。然るに、前記の真空プラズマ溶解法で溶解した材料ならば、電子ビーム溶接を行っても内部に全く欠陥の無いものを作ることが可能であることを見出した。

【0009】本発明は、以上の点に着目して開発したスパッタリング用Ruターゲットの製造方法で、2回以上溶解、凝固を繰り返してRuインゴットを作り、このRuインゴットの表面を研削して板材を作り、この板材を素材として溶接し、大形化して、スパッタリング用Ruターゲットを得ることを特徴とするものである。

【0010】上記本発明のスパッタリング用Ruターゲットの製造方法において第1回の溶解がアーク溶解、第2回の溶解が真空プラズマ溶解、溶接が電子ビーム溶接又は、アーク溶接であることが好ましい。

【0011】上記本発明のスパッタリング用Ruターゲットの製造方法において、第1回及び第2回以降の溶解が真空プラズマ溶解で、溶接が電子ビーム溶接又はアーク溶接であることが好ましい。

【0012】上記本発明のスパッタリング用Ruターゲットの製造方法で、第1回及び第2回以降の溶解と複数のインゴットの接合もすべて真空プラズマ溶解炉で行うことも可能であり、これも好ましい方法である。

【0013】

【作用】本発明のスパッタリング用Ruターゲットの製造方法では、Ru粉末を100～500TorrのAr雰囲気中でアーク溶解又は同程度の低圧プラズマ溶解にて一旦溶融した後、真空度を上げ、 10^{-3} Torr程度のArガス雰囲気中にてRu表面を何回か溶解することにより、内部に吸蔵するガスや不純物活性金属類が析出する。こうして得られたインゴットは、表面が平滑で、比較的大面積のものも水冷銅ハース中で処理することができる。そして、内部欠陥、特に引け巣や気泡、不純物の巻き込み等の無い健全なインゴットが得られる。また、本発明のスパッタリング用Ruターゲットの製造方法では、面積を大きくするために上記インゴットを研削して得た板材を溶接する際、低圧Arガス中で電子ビーム溶接することにより、全く内部欠陥の無い大形のスパッタリングRuターゲットが得られる。電子ビーム溶接の優れている点は、エネルギー密度が高いため、細いビームで深さ方向に大きく溶湯を形成することができ、溶接部のクリアランスを最小にできることである。即ち、被接合材2枚を突き合わせ溶接する場合には、接合面を精度良く平面に研削し、この2面を突き合わせて密着させた後、界面を外側から溶接することによって内部欠陥の無い溶接が可能となるのである。本発明者等が繰り返し試験研究した結果から推しなべて言えることは、材料内部に欠陥が存在すると、溶接部内部に気泡や不純物等を巻き込み、ボイドや不純物介在やヘアークラック等の溶接欠陥を生ずる原因になると言うことである。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明のスパッタリング用Ruターゲットの製造方法の実施形態を説明する。純度99.97%のRu粉末を500TorrのArアーク溶解炉にて10Rの半球状の凹みをもった水冷銅ハースに約10gずつ入れアーク溶解して凝固させ、直径約10mmのマーブルを200個作成した。次に真空プラズマ溶解炉にて80w×160l×20hの水冷

銅ハースに100個のマーブルを並べ、 10^{-6} Torrまで真空引きした後、 10^{-3} TorrまでArガスを導入し、真空プラズマで表面及び裏面からRu飛沫が完全に発生しなくなるまで繰り返し溶融凝固し、インゴット表面を平坦に仕上げ、幅75mm、長さ150mm、厚さ最小部6mm、最大部10mmの板状インゴット2枚を作成した。この板状インゴット2枚を平面研削盤にて表面及び裏面を研削し、3mm厚さの平板となった。その後2枚の平板の端面を平面研削盤にて精度良く平坦に仕上げた後、突き合わせて電子ビーム溶接を行い、150w×150l×3lの平板を作成した、この平板からアブレッシブウォータージェット切断機にて直径100mm、厚さ3mmの円板を切り出して、Ruターゲットを得た。

【0015】上記の製造方法により得たRuターゲットの溶接部及び全面をX線透過写真法で観察した結果、接合部には全く欠陥が無く、また板も気泡や不純物の介在等の欠点が全く認められない健全なものであることが確認された。

【0016】然して上記Ruターゲットをマグネトロンスパッタ装置に取り付け、3インチSiウエハー上にスパッタリングを行って1000Åの薄膜を形成させた結果、途中異常放電も無く、膜質も良好なRu膜を得ることができた。また、Ruターゲットを長時間使用した後も表面は一樣に消耗しており、溶接部が陥んだり、異物による突起等の異常な現象は全く見られなかった。

【0017】一般に他の金属のターゲットでは溶接をした場合には溶接部が他の部分と金属組織が異なるため、異常消耗を起し、陥みが生じたり、溶接欠陥が表面に浮上して異常放電を生じたりする問題があるが、本発明の製造方法で作ったRuターゲットは基材部も溶解鑄造組織で、全く塑性加工を行っていないため、溶接部の組織と本質的には同じ鑄造組織となっていて、異常消耗を生じなかったことが容易にうかがえる。

【0018】

【発明の効果】以上の説明で判るように本発明のスパッタリング用Ruターゲットの製造方法によれば、従来Ru以外の他の金属や合金では内部欠陥が残るためタブー視されてきているターゲットの溶接が可能となり、大面積のターゲットを、既存の設備で作った平板を電子ビーム溶接又はアーク溶接することにより得られるので、緻密度が高く、内部欠陥の無い良質のRuターゲットを経済的に安価に得ることができる。